



(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
07.10.2015 Patentblatt 2015/41

(51) Int Cl.:
G01N 30/24 (2006.01) **B01L 3/00 (2006.01)**
G01N 1/40 (2006.01) **G01N 30/06 (2006.01)**

(21) Anmeldenummer: **15000887.8**

(22) Anmeldetag: **26.03.2015**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR
Benannte Erstreckungsstaaten:
BA ME
Benannte Validierungsstaaten:
MA

(72) Erfinder:
• **Bremer, Ralf**
47199 Duisburg (DE)
• **Rose, Bernhard**
40627 Düsseldorf (DE)

(74) Vertreter: **Henseler, Daniela**
Sparing Röhl Henseler
Rethelstrasse 123
40237 Düsseldorf (DE)

(30) Priorität: **31.03.2014 DE 102014004701**

(71) Anmelder: **Gerstel Systemtechnik GmbH & Co. KG**
45473 Mülheim (DE)

(54) **VORRICHTUNG FÜR EINE FESTPHASENMIKROEXTRAKTION**

(57) Vorrichtung für eine Festphasenmikroextraktion und Analyse zu untersuchender Substanzen, insbesondere in einem Gaschromatographen, mit mindestens einem Sammler (13) aus sorbierendem und/oder adsorbierendem Material, der an einem stabförmigen Träger (14) angeordnet ist, und mit mindestens einem mit einer durchstoßbaren Trennwand (15) abgedichtet verschließbaren Probengefäß (10), in das der Sammler (13) unter Durchstoßen der Trennwand (15) für eine Probennahmezeit einbringbar ist, wobei der Verschluss (16) des Probengefäßes (10) zusammengefügt ist aus der durchstoßbaren Trennwand (15) und einem am Probengefäß (10) befestigbaren Klemmring (17), der die Trennwand (15) zusammen mit einem Dichtungselement (18) an einen oberen Rand (19) des Probengefäßes (10) anpresst, und der eine Aufnahmebuchse (20) aufweist, in der eine Halterung (22) eines an einem Handhabungsende des stabförmigen Trägers (14) befestigten Transportadapters (21) lösbar und mit Dichtflächenpressung (24) befestigbar ist, wenn der Sammler (13) nach Durchstoßen der Trennwand (15) in das Probengefäß (10) eingesetzt ist.

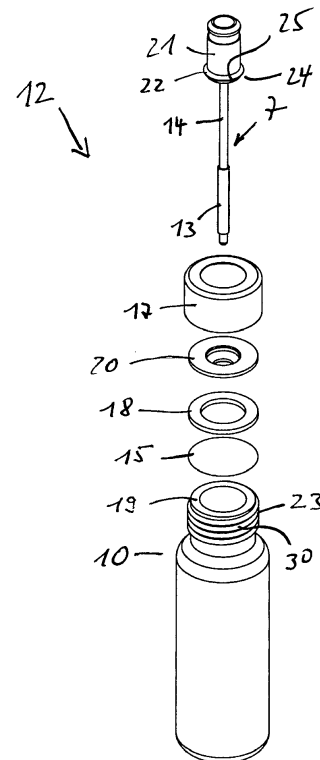


Fig. 3

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung für eine Festphasenmikroextraktion und Analyse zu untersuchender Substanzen, insbesondere zum Einsetzen in eine Thermodesorptionsvorrichtung eines Gaschromatographen nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1.

[0002] Analysegeräte dienen der qualitativen und quantitativen Bestimmung von Probeninhaltsstoffen, insbesondere unter Einsatz chromatographischer Trennmethode. Die Effizienz der Trenntechniken lässt sich in der Regel durch eine geeignete Probenvorbereitung oder Probenaufgabe steigern. Zur Höchstleistung in Präzision, Wiederholbarkeit und Probendurchsatz gelangt der Anwender indes nur, wenn es ihm gelingt, unter anderem die Probennahme zu automatisieren. Für Chromatographen, insbesondere Gaschromatographen, sind daher automatische Probenvorbereitungs- und -injektionseinrichtungen, so genannte Autosamplern, bekannt.

[0003] Aus DE 102 19 790 C1 ist ein solcher Autosampler bekannt, der einen in drei zueinander senkrechten Richtungen verfahrbaren Aufnahmearm für einen Halter eines Probenaufnehmers umfasst. Derartige Autosampler sind für einen vorbestimmten, einfachen Ablauf, etwa eine Probenaufnahme mittels einer Spritze aus einer Ampulle (Vial) und Aufgabe der Probe in ein Probenaufgabesystem eines Analysegerätes, und einen für diesen Ablauf vorgeschlagenen Typ von Probenaufnehmern, etwa Spritzen bestimmter Größe, ausgelegt. Es ist deshalb auch bekannt, mehrere Aufnahmen zu einem Aufnahmearm vorzusehen.

[0004] Zum Ausführen einer Festphasenmikroextraktion (SPME) ist aus DE 691 02 700 T2 bekannt, eine in einem Gehäuse enthaltene Faser zu verwenden, die als Adsorbens fungiert. Die Faser befindet sich zunächst in einer als Gehäuse genutzten Nadel, die das Septum eines Probengefäßes durchstoßen kann. Die an einem Spritzen-Kolben befestigte Faser lässt sich dann aus der Nadel herausführen. Nach einer definierten Probennahmezeit, in der die Analyten zur Festphase diffundieren und dort adsorbiert werden, wird die Nadel zurückgezogen und anschließend in den Injektor eines Gaschromatographen eingebracht. Es schließt sich die Thermodesorption der Analyten und deren gaschromatographische Trennung und Bestimmung an. Die Sammlung kann sowohl in einer flüssigen Matrix als auch in der Gasphase oberhalb von Flüssigkeiten oder Feststoffen, die so genannte Headspace-Technik, erfolgen. Die Festphasenmikroextraktion mittels Faser lässt sich vollständig automatisieren und wird beispielsweise zur Pestizidanalytik in Wasserproben eingesetzt. Nachteilig ist, dass die Verwendung der Fasern ein aufwändiges Handhabungssystem mit Spritzen erfordert.

[0005] Aus EP 1 406 077 B1 ist ein Sammler für die Festphasenmikroextraktion und Analyse zu untersuchender Substanzen bekannt, der sich sowohl als Passivsammler als auch als Rührelement in einer Trägerflüssigkeit einsetzen lässt. Der Sammler besteht dazu

aus einem stabförmigen Träger, auf den ein Schlauchmaterial als Adsorbens aufgezogen ist. Mit dem Schlauch ist eine wiegbare Phase und damit eine definierte Menge an aktiver Phase am Träger angebracht. Reproduzierbare Messergebnisse werden so erreicht. Nachteilig ist, dass dieser eigenständige Sammler aufgrund seiner fehlenden Anbindung an eine Spritze den automatisierten Einsatz erschwert.

[0006] Aufgabe der Erfindung ist es daher, eine Vorrichtung für eine Festphasenmikroextraktion zu schaffen, die die Handhabung von Proben zur analytischen Untersuchung verbessert.

[0007] Diese Aufgabe wird durch die Merkmale des Anspruchs 1 gelöst.

[0008] Hierdurch wird eine Vorrichtung für eine Festphasenmikroextraktion und Analyse zu untersuchender Substanzen, insbesondere zum Einsetzen in eine Thermodesorptionsvorrichtung eines Gaschromatographen, geschaffen, die das Erfassen von Substanzen an der Festphase des Sammlers verbessert mechanisiert. Eine Automatisierung des Einsatzes von Sammlern wird erleichtert, und zwar unabhängig davon, ob der Sammler als Faser, als ein auf einen Träger aufgezogenes Schlauchmaterial oder sonstiges Adsorbens ausgebildet ist.

[0009] Erfindungsgemäß ist das jeweilige Probengefäß mit einem Klemmring als Kappe versehen, der einen Anschlusssockel bildet für einen Transportadapter. Der Transportadapter bildet einerseits einen dichtsitzend aufsetzbaren Anschlusskopf und andererseits einen Anschlusseinsatz für den Sammler. Als Anschlusskopf ist der Transportadapter von einem automatisierten Greifer oder beweglichen Aufnahmearm erfassbar und stellt dabei sicher, dass das Probengefäß bei eingesetztem Sammler abgedichtet ist durch den Transportadapter. Neben einem selbstdichtenden Septum können dann insbesondere leicht mechanisch durchstoßbare Trenn- oder Scheidewände Verwendung finden. Dies sind beispielsweise Membranen, Metall- oder Kunststofffolien oder elastisch verformbare Durchgangverschlussselemente.

[0010] Der als Klemmring ausgebildete Anschlusssockel erlaubt in einfacher Weise das Einbringen eines Dichtelementes, wobei dessen Verpressung bei einem Aufziehen des Klemmrings am Hals des Probengefäßes die Dichtfunktion erzeugt.

[0011] Bevorzugt ist die Verwendung von O-Ringen als Dichtelemente, da diese eine Dichtfunktion durch axiale als auch radiale Verpressung erlauben. Das Anschließen des Transportadapters an den Klemmring kann somit einfach durch eine radiale Verpressung des Dichtelementes erfolgen, wodurch zudem eine Halbkraft zwischen Klemmring und Transportadapter erzeugbar ist, die die Eigengewichtskraft des beprobten Probengefäßes übersteigt. Das Probengefäß kann folglich gehalten durch den Transportadapter transportiert und gegebenenfalls behandelt werden, beispielsweise in Schüttelvorrichtungen usw.

[0012] Der Sammler ist an dem stabförmigen Träger angeordnet und kann eine Faser sein oder kann den stabförmigen Träger mit verschiedensten Materialien belegen, die als Adsorbens fungieren. Da die Trennwand leicht mechanisch durchstoßbar ausbildbar ist, können mit einem Sammler belegte Träger als Durchstoßorgane eingesetzt werden, die Durchmesser im Bereich von mehreren Millimetern, beispielsweise 1 bis 5 mm, besitzen. Bei den im Stand der Technik verwendeten Fasern variiert dagegen der Durchmesser zwischen 0,05 und 1 mm. Insbesondere können jetzt auch mit schlauchförmigen Adsorbens belegte Träger als von einem Halter geführte Einsätze automatisiert in Probengefäße eingebracht und aus diesen entnommen werden.

[0013] Weitere Ausgestaltungen und Vorteile der Erfindung sind der nachfolgenden Beschreibung und den Unteransprüchen zu entnehmen.

[0014] Die Erfindung wird nachstehend anhand der in den beigefügten Abbildungen dargestellten Ausführungsbeispiele näher erläutert.

Fig. 1 zeigt schematisch in perspektivischer Ansicht eine Vorrichtung zur Probenhandhabung mit Vorrichtungen für eine Festphasenmikroextraktion gemäß einem ersten Ausführungsbeispiel, Fig. 2 zeigt den Ausschnitt Z von Fig. 1 in vergrößerter Darstellung,

Fig. 3 zeigt schematisch in perspektivischer Ansicht eine Explosionszeichnung der Vorrichtung für eine Festphasenmikroextraktion gemäß dem ersten Ausführungsbeispiel,

Fig. 4 zeigt schematisch eine Seitenansicht der Explosionszeichnung gemäß Fig. 3,

Fig. 5 zeigt schematisch einen Längsschnitt der Vorrichtung für eine Festphasenmikroextraktion gemäß dem ersten Ausführungsbeispiel,

Fig. 6 zeigt den Ausschnitt Y gemäß Fig. 5 in vergrößerter Darstellung,

Fig. 7 zeigt schematisch und teilweise geschnitten einen Rüttler, in den eine Vorrichtung für eine Festphasenmikroextraktion gemäß dem ersten Ausführungsbeispiel eingesetzt ist,

Fig. 8 zeigt schematisch einen Längsschnitt der Vorrichtung für eine Festphasenmikroextraktion gemäß einem zweiten Ausführungsbeispiel,

Fig. 9 zeigt schematisch und teilweise geschnitten eine Vorrichtung für eine Festphasenmikroextraktion gemäß einem dritten Ausführungsbeispiel,

Fig. 10 zeigt den Ausschnitt V gemäß Fig. 9 in vergrößerter Darstellung,

Fig. 11 zeigt schematisch in perspektivischer Ansicht eine Explosionszeichnung der Vorrichtung für eine Festphasenmikroextraktion gemäß einem vierten Ausführungsbeispiel,

Fig. 12 zeigt schematisch eine Seitenansicht der Explosionszeichnung gemäß Fig. 11,

Fig. 13 zeigt schematisch in perspektivischer Ansicht eine Explosionszeichnung der Vorrichtung für

eine Festphasenmikroextraktion gemäß einem fünften Ausführungsbeispiel,

Fig. 14 zeigt schematisch eine Seitenansicht der Explosionszeichnung gemäß Fig. 13,

Fig. 15 zeigt den Ausschnitt Z gemäß Fig. 14 in vergrößerter Darstellung,

Fig. 16 zeigt schematisch eine Seitenansicht einer Explosionszeichnung der Vorrichtung für eine Festphasenmikroextraktion gemäß einem sechsten Ausführungsbeispiel,

Fig. 17 zeigt schematisch in perspektivischer Ansicht und teilweise geschnitten die Explosionszeichnung gemäß Fig. 16.

[0015] Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung für eine Festphasenmikroextraktion und Analyse zu untersuchender Substanzen, insbesondere zum Einsetzen in eine Thermodesorptionsvorrichtung eines Gaschromatographen. Zum Automatisieren der Festphasenmikroextraktion wird die Probennahme von Proben zur Probenvorbereitung oder Probenaufgabe vorzugsweise auf so genannten Autosamplern oder XYZ-Robotern durchgeführt.

[0016] Fig. 1 und Fig. 2 zeigen einen Autosampler zur Probennahme. Der Autosampler umfasst vorzugsweise eine horizontale Schlittenführung 1 für einen längs der Schlittenführung 1 verfahrbaren Kreuzschlitten 2, der außerdem vorzugsweise in der Ebene der Schlittenführung 1 senkrecht zur Schlittenführung 1 verfahrbar ist, damit alle Stationen angefahren werden können. Am Ende des Kreuzschlittens 2 befindet sich ein vorzugsweise vertikal verfahrbarer Aufnahmearm 3.

[0017] Der bewegliche Aufnahmearm 3 ist zur wechselbaren Aufnahme mindestens eines Probenaufnehmers 4 ausgelegt. Der Aufnahmearm 3 dient dazu, den jeweiligen Probenaufnehmer 4 in gewünschte Positionen zu verfahren. Gemäß Fig. 1 umfasst der Autosampler einen ersten Tray-Holder 5 für ein Sammlertray 6, in dem eine Anzahl Sammlereinrichtungen 7 zur Verwendung in einer Probennahme angeordnet sind. Der Autosampler umfasst ferner einen zweiten Tray-Holder 8 für ein Probengefäßtray 9, in dem eine Anzahl beprobter Probengefäße 10 angeordnet sind. Mittels des Aufnahmearms 3 können wählbare Positionen über dem Sammlertray 6 und dem Probengefäßtray 9 angefahren werden, um beispielsweise jeweils eine Sammlereinrichtung 7 zu erfassen, zu transportieren und in ein Probengefäß 10 einzusetzen für eine wählbare Probennahmezeit.

[0018] Gemäß Fig. 1 umfasst der Autosampler auch vorzugsweise einen Rüttler oder Schüttler 11, der einzelne oder alle mit einer Sammlereinrichtung 7 versehene Probengefäße 10 bewegt, um den Transport von Substanzen zur Festphase zu beschleunigen. Die Sammlung kann sowohl in einer flüssigen Matrix als auch in der Gasphase oberhalb von Flüssigkeiten oder Feststoffen, der so genannten Headspace-Technik, erfolgen.

[0019] Aus den Probengefäßen 10 werden mittels der Sammlereinrichtungen 7 Proben entnommen, indem die

Sammlereinrichtungen 7 durch ein Auf- und Abfahren des Probenaufnehmers 4 in die jeweiligen beprobten Probengefäße 10 für eine wählbare Probennahmezeit eingesetzt werden. Die Bewegung wird ausgeführt durch den beweglichen Aufnahmearm 3. Die bevorzugte Bewegungsrichtung ist ein vertikales Verfahren des Probenaufnehmers 4 zur Probennahme.

[0020] Wie Fig. 3 und Fig. 4 zeigen, ist für eine Festphasenmikroextraktion und Analyse zu untersuchender Substanzen, insbesondere zum Einsetzen in eine Thermodesorptionsvorrichtung eines Gaschromatographen, eine Vorrichtung 12 mit einer Sammlereinrichtung 7 und einem Probengefäß 10 vorgesehen, die gemäß einem ersten Ausführungsbeispiel wie folgt ausgebildet sind. Die Vorrichtung 12 umfasst danach mindestens einen Sammler 13 aus sorbierendem und/oder adsorbierendem Material, der an einem stabförmigen Träger 14 angeordnet ist. Die Vorrichtung 12 umfasst ferner mindestens ein Probengefäß 10, das mit einer durchstoßbaren Trennwand 15 oder Scheidewand abgedichtet verschließbar ist. In das Probengefäß 10 ist der Sammler 13 unter Durchstoßen der Trennwand 15 für eine Probennahmezeit einbringbar. Die Abdichtung mittels der Trennwand 15 ist dabei insbesondere fluiddicht ausgelegt.

[0021] Ein Verschluss 16 des Probengefäßes 10 ist zusammengefügt aus der durchstoßbaren Trennwand 15 und einem am Probengefäß 10 befestigbaren Klemmring 17. Der Klemmring 17 presst die Trennwand 15 zusammen mit einem Dichtungselement 18 an einen oberen Rand 19 des Probengefäßes 10 an. Der Verschluss 16 weist ferner eine Aufnahmebuchse 20 auf, die in den Pressverbund zwischen Klemmring 17 und oberem Rand 19 des Probengefäßes 10 eingesetzt ist oder beispielsweise einstückig (nicht dargestellt) mit dem Klemmring 17 ausgebildet sein kann. Die Aufnahmebuchse 20 bildet ein Adaptergegenstück für einen Transportadapter 21 (vgl. Fig. 6), der an einem Handhabungsende des stabförmigen Trägers 14 befestigt ist. Das Dichtungselement 18 kann als O-Ring ausgebildet sein.

[0022] Der Transportadapter 21 besitzt eine Halterung 22, die in der Aufnahmebuchse 20 mit einer Dichtflächenpressung 24 befestigbar ist zur lösbaren Befestigung des Transportadapters 21 am Verschluss 16 des Probengefäßes 10, wenn der Sammler 13 nach Durchstoßen der Trennwand 15 in das Probengefäß 10 eingesetzt ist, wie insbesondere Fig. 5 und Fig. 6 zeigen.

[0023] Der Klemmring 17 ist hier als ein Befestigungsring auf den Hals 23 des Probengefäßes 10 aufgeschraubt mittels Schraubverschluss 30. Alternativ kann der Klemmring 17 auch aufgequetscht oder aufgerastet sein.

[0024] Die durchstoßbare Trennwand 15 ist vorzugsweise als Membran oder Metall- oder Kunststoffolie ausgebildet. Als Material für die Folien sind beispielhaft genannt Aluminium, Teflon, Polypropylen. Das Material für die Folien ist vorzugsweise chemisch inert für die einzubringenden/eingebrachten Proben. Die Folie, die einfach

mechanisch durchstoßbar ist, insbesondere auch für den Sammler 13 mit Durchmessern größer 1 mm, ersetzt das Septum als Verschluss für das Probengefäß 10. Die vom Septum bewirkte Abdichtung übernimmt bei der Vorrichtung 12 die Trennwand 15 in Verbindung mit der Dichtflächenpressung 24 und dem Dichtungselement 18, die den Transportadapter 21 gegenüber dem Klemmring 17 und den Klemmring 17 gegenüber dem Probengefäß 10 abdichten. Das Abdichten erfolgt vorzugsweise gasdicht.

[0025] Erfindungsgemäß wird also ein Dichtungssystem mit vorzugsweise zwei Dichtringen geschaffen, um einen Stofffluss zwischen den funktionsmäßig voneinander getrennten Räumen eines Probengefäßes 10 und einer Außenumgebung bei eingesetztem Sammler 13 nach durchstoßener Trennwand 15 auszuschließen, und zwar unter gleichzeitiger Bereitstellung einer Sammlereinrichtung 7, die zur Probennahme und Probenabgabe von einem automatisierten Sampler oder Roboter erfasst und transportiert werden kann. Dabei wird sichergestellt, dass unabhängig vom Material der Trennwand 15 auch nach einem Durchstoßen der Trennwand 15 die Abdichtung des Probengefäßes 10 gewährleistet ist. Dies gilt insbesondere für Materialien, die keine eigene elastische Verschlusswirkung besitzen, wie beispielsweise Metallfolien, bei denen das Durchstoßen beispielsweise ein Durchstechen bewirken kann.

[0026] Wie insbesondere Fig. 5 und Fig. 6 zeigen, weist der Transportadapter 21 für die Dichtflächenpressung 24 vorzugsweise eine Ringnut 26 zum Einsetzen einer in der Aufnahmebuchse 20 radial verpressbaren Dichtung mittels O-Ring 25 auf. Die Dichtflächenpressung 24 kann derart ausgebildet sein, dass deren Haltekraft ausreicht, das Probengefäß 10 über den Transportadapter 21 zu bewegen, ohne dass zusätzliche Haltemittel erforderlich sind. An der Halterung 22 kann ein vorstehender Rand 27 (vgl. Fig. 6) ausgebildet sein, der als Anschlag an der Aufnahmebuchse 20 dient. Die Dichtflächenpressung 24 zwischen der Halterung 22 des Transportadapters 21 und der Aufnahmebuchse 20 des Verschlusses 16 ist dann sicher positionierbar.

[0027] Der Transportadapter 21 kann Anschlusselemente 28, 29 für verschiedene Einbausituationen an einem Probenaufnehmer 4 aufweisen.

[0028] Der Sammler 13 umfasst beispielsweise einen auf den stabförmigen Träger 14 aufgezogenen Schlauch aus sorbierendem und/oder adsorbierendem Material. Alternativ kann der Träger 14 zur Ausbildung des Sammlers 13 mit verschiedensten Materialien als Adsorbens belegt sein. Der Träger 14 besitzt vorzugsweise einen Durchmesser im Bereich von 1 bis 6 mm. Die Belegung mit dem Adsorbens kann beispielsweise in einem Dickenbereich von 0,05 bis 2 mm liegen. Der Träger 14 kann alternativ als ein Röhrchen (nicht dargestellt) ausgebildet sein, um beispielsweise während einer Probennahme im Probengefäß 10 Zudosierungen über die Sammlereinrichtung 7 vornehmen zu können.

[0029] Die Vorrichtung 12 kann als transportierbarer Probennehmer in verschiedene Behandlungsstationen

bewegt werden, wie beispielsweise in einen Rüttler/Schüttler 11, wie in Fig. 7 dargestellt. Um dabei die Vorrichtung 12 zu fixieren, kann eine Halteeinrichtung 37 vorgesehen sein. Zusätzlich kann eine Temperierung der Vorrichtung 12 vorgesehen sein.

[0030] Wie Fig. 8 zeigt, kann die Sammlereinrichtung 7 zur Probennahme oder nach Beendigung der Probennahme in ein durchspülbares Röhrchen 31 einsetzbar sein, wobei die Dichtflächenpressung 24 des Transportadapters 21 mit einem Anschlusskopf 32 am Einsetzende des Röhrchens 31 erfolgen kann.

[0031] Wie die Fig. 9 und Fig. 10 gemäß einem dritten Ausführungsbeispiel zeigen, kann der Sammler 13 zur Adsorption oder Desorption der aufgenommenen Substanzen in einen Druckbehälter 36 als Head-Space-Gefäß eingebracht werden. Der Druckbehälter 36 weist einen Deckel 33 auf, der kopfseitig einen Hals 23 zur Anbringung des Verschlusses 16 aufweist, wie vorstehend beschrieben. Der Transportadapter 21 kann auch für Desorptionszwecke genutzt werden, wenn den zugehörigen Geräten ein Verschluss 16 wie vorstehend beschrieben zugeordnet wird.

[0032] Fig. 11 und Fig. 12 zeigen ein viertes Ausführungsbeispiel der Vorrichtung 12, die sich von dem ersten Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 3 und Fig. 4 dadurch unterscheidet, dass der Sammler 13 eine Faser und einen die Faser umgebenden Käfig 34 umfasst. Im Übrigen gilt das vorstehend zum ersten Ausführungsbeispiel Gesagte entsprechend.

[0033] Fig. 13 bis Fig. 15 zeigen ein fünftes Ausführungsbeispiel der Vorrichtung 12, bei der der Sammler 13 einen durchströmbaren Hohlkörper 35 mit einer vorzugsweise gitterartigen Außenwand, in den pulverförmiges sorbierendes und/oder adsorbierendes Material eingebracht ist, umfasst. Im Übrigen gilt das vorstehend zum ersten Ausführungsbeispiel Gesagte entsprechend.

[0034] Fig. 16 und Fig. 17 zeigen ein sechstes Ausführungsbeispiel der Vorrichtung 12, bei der der Verschluss 16 eine durchstoßbare Funktionstrennwand 38 aufweist. Diese Funktionstrennwand 38 wird gebildet von einem elastisch verformbaren Durchgangverschluss element 39, das hier beispielsweise als elastischer Konusverschluss ausgebildet ist. Beim Durchstoßen dieses elastischen Durchgangverschluss elementes 39 drückt die Sammlereinrichtung 7 beim Einführen in das Probengefäß 10 die Wandung des Durchgangverschluss elementes 39 etwas zur Seite. An der Funktionstrennwand 38 kann unmittelbar ein Dichtungsteller 40 angeordnet sein, der mit dem Klemmring 17 abdichtend auf den oberen Rand 19 des Probengefäßes 10 pressbar ist. Zusätzlich oder alternativ (nicht dargestellt) kann zum Dichtungsteller 40 das Dichtungselement 18 vorgesehen sein, wie vorstehend beschrieben. Im Übrigen gilt das vorstehend zum ersten Ausführungsbeispiel Gesagte entsprechend.

[0035] Als sorbierendes und/oder adsorbierendes Material für den Sammler 13 kann beispielsweise ein Material aus der Gruppe umfassend Polyethylenglykol, Silikon Octadecyltrichlorsilan, Polymethylvinylchlorsilan, flüs-

sigkristalline Polyacrylate, gepropfte selbstorganisierte monomolekulare Schichten, Graphen, Kohlenstoffnanoröhren, Ionische Flüssigkeiten und anorganische Beschichtungsmaterialien gewählt werden.

[0036] Nach einer Probennahme kann die Sammlereinrichtung 7 mit dem Sammler 13 in bekannter Weise in eine Thermodesorptionseinrichtung eingebracht werden. Anstatt in einer Thermodesorptionseinrichtung desorbiert zu werden, kann die Sammlereinrichtung 7 auch in eine organische Flüssigkeit enthaltende Extraktionseinrichtung eingebracht werden, wobei als organische Flüssigkeit eine solche verwendet wird, die eine hohe Wechselwirkung mit den zu untersuchenden Substanzen aufweist.

[0037] Die von der Sammlereinrichtung 7 desorbierten Substanzen werden vorzugsweise einer Aufgabereinrichtung etwa eines Gaschromatographen zugeführt, um mittels eines Trägergases etwa über eine gaschromatographische Trennsäule einer Analyse zugeführt zu werden.

Patentansprüche

1. Vorrichtung für eine Festphasenmikroextraktion und Analyse zu untersuchender Substanzen, insbesondere in einem Gaschromatographen, mit mindestens einem Sammler (13) aus sorbierendem und/oder adsorbierendem Material, der an einem stabförmigen Träger (14) angeordnet ist, und mit mindestens einem mit einer durchstoßbaren Trennwand (15) abgedichtet verschließbaren Probengefäß (10), in das der Sammler (13) unter Durchstoßen der Trennwand (15) für eine Probennahmezeit einbringbar ist, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Verschluss (16) des Probengefäßes (10) zusammengefügt ist aus der durchstoßbaren Trennwand (15) und einem am Probengefäß (10) befestigbaren Klemmring (17), der die Trennwand (15) zusammen mit einem Dichtungselement (18) an einen oberen Rand (19) des Probengefäßes (10) anpresst, und der eine Aufnahmebuchse (20) aufweist, in der eine Halterung (22) eines an einem Handhabungsende des stabförmigen Trägers (14) befestigten Transportadapters (21) lösbar und mit Dichtflächenpressung (24) befestigbar ist, wenn der Sammler (13) nach Durchstoßen der Trennwand (15) in das Probengefäß (10) eingesetzt ist.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die durchstoßbare Trennwand (15) als Membran, Metall- oder Kunststoffolie oder elastisch verformbares Durchgangverschluss element (39) ausgebildet ist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Transportadapter (21) eine Ringnut (26) zum Einsetzen einer in der Aufnahme-

buchse (20) radial verpressbaren O-Ring-Dichtung (25) aufweist.

4. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** in den Klemmring (17) ein Adaptergegenstück zur Ausbildung der Aufnahmebuchse (20) einsetzbar ist. 5
5. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Transportadapter (21) Anschlusselemente (28, 29) für verschiedene Einbausituationen aufweist. 10
6. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Sammler (13) eine Faser und einen die Faser umgebenden Käfig (34) umfasst. 15
7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Sammler (13) ein auf den stabförmigen Träger (14) aufgezogener Schlauch aus sorbierendem und/oder adsorbierendem Material ist. 20
8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Sammler (13) einen durchströmbaren Hohlkörper (35) mit eingebrachtem pulverförmigem sorbierendem und/oder adsorbierendem Material umfasst. 25
30
9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** zur Automatisierung der Festphasenmikroextraktion der Transportadapter (21) in bewegliche Aufnahmearme (3) von Autosamplern einsetzbar ist. 35
10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Klemmring (17) über einen Schraubverschluss (30) am Hals (23) des Probengefäßes (10) befestigbar ist. 40
11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** als sorbierendes und/oder adsorbierendes Material ein Material aus der Gruppe umfassend Polyethylenglykol, Silikon, Octadecyltrichlorsilan, Polymethylvinylchlorsilan, flüssigkristalline Polyacrylate, gepfropfte selbstorganisierte monomolekulare Schichten, Graphen, Kohlenstoffnanoröhren, Ionische Flüssigkeiten und anorganische Beschichtungsmaterialien. 45
50

55

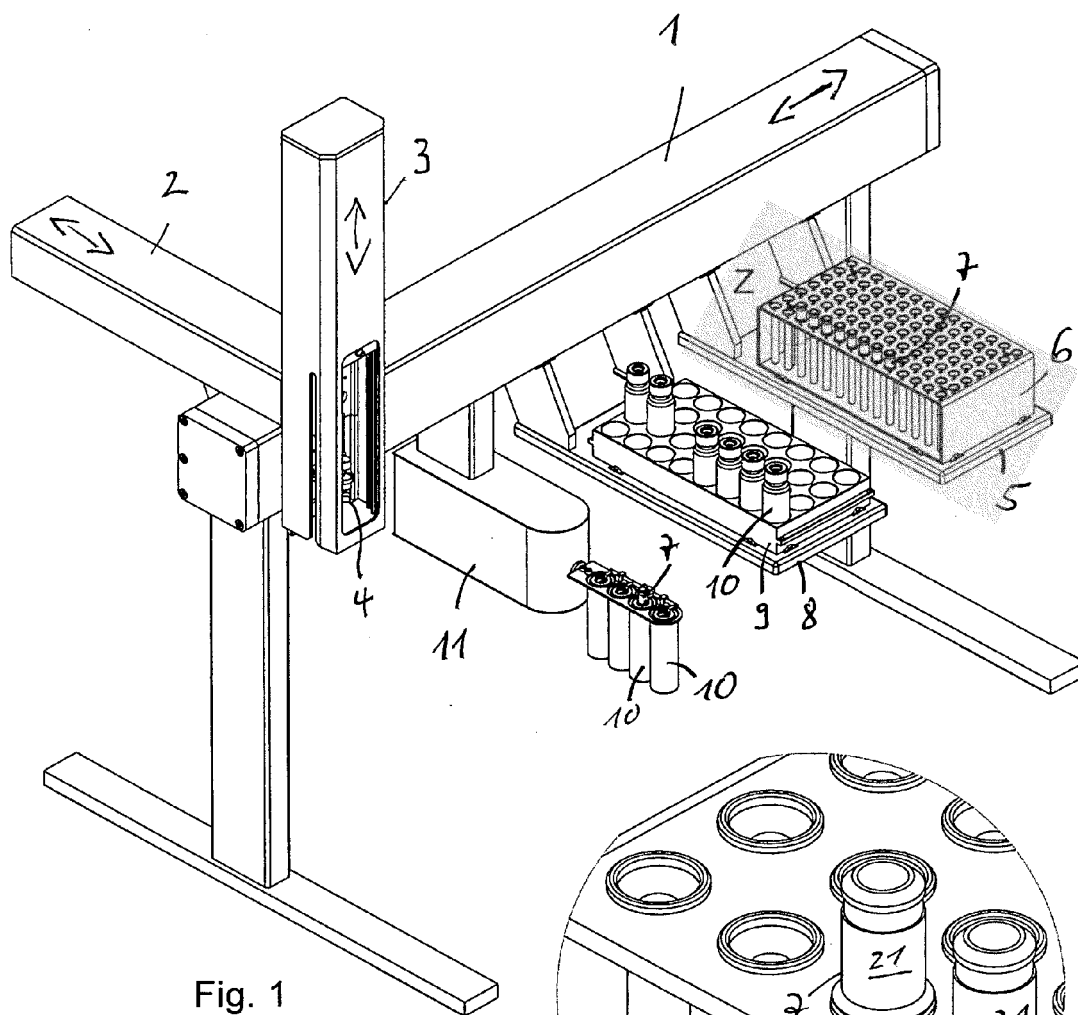


Fig. 1

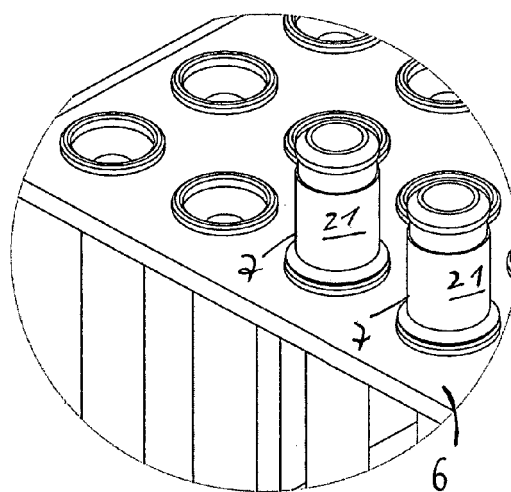


Fig. 2

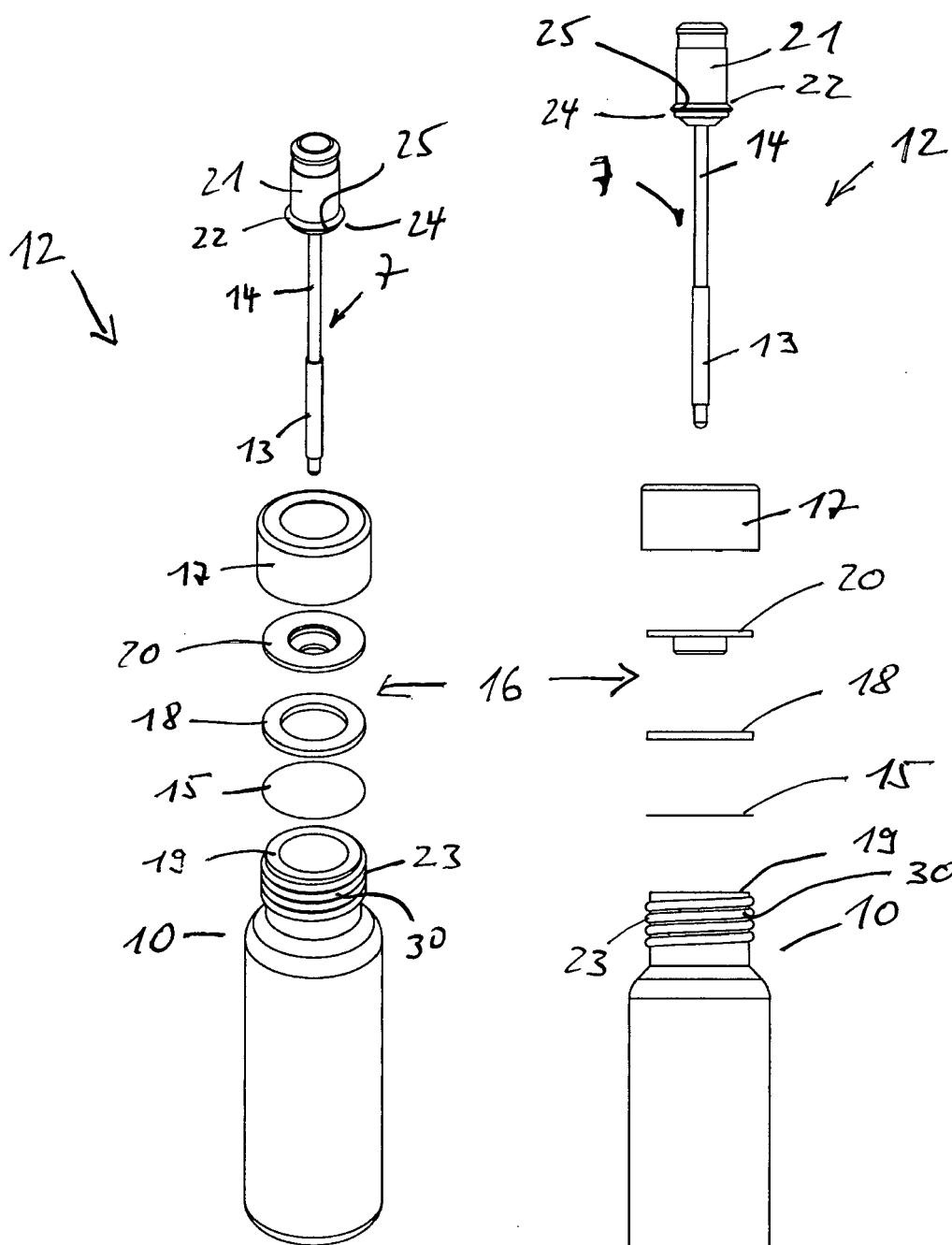


Fig. 3

Fig. 4

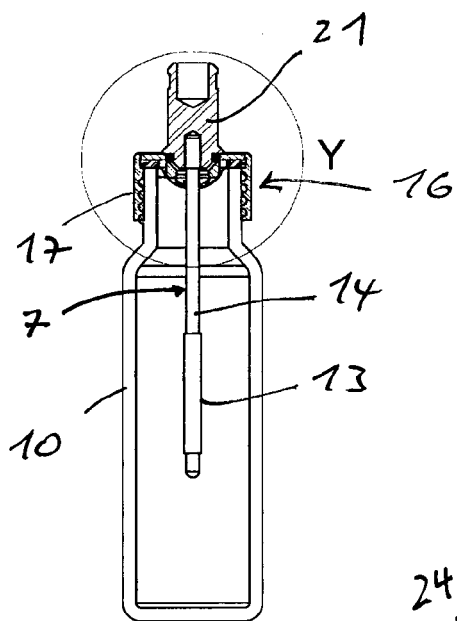


Fig. 5

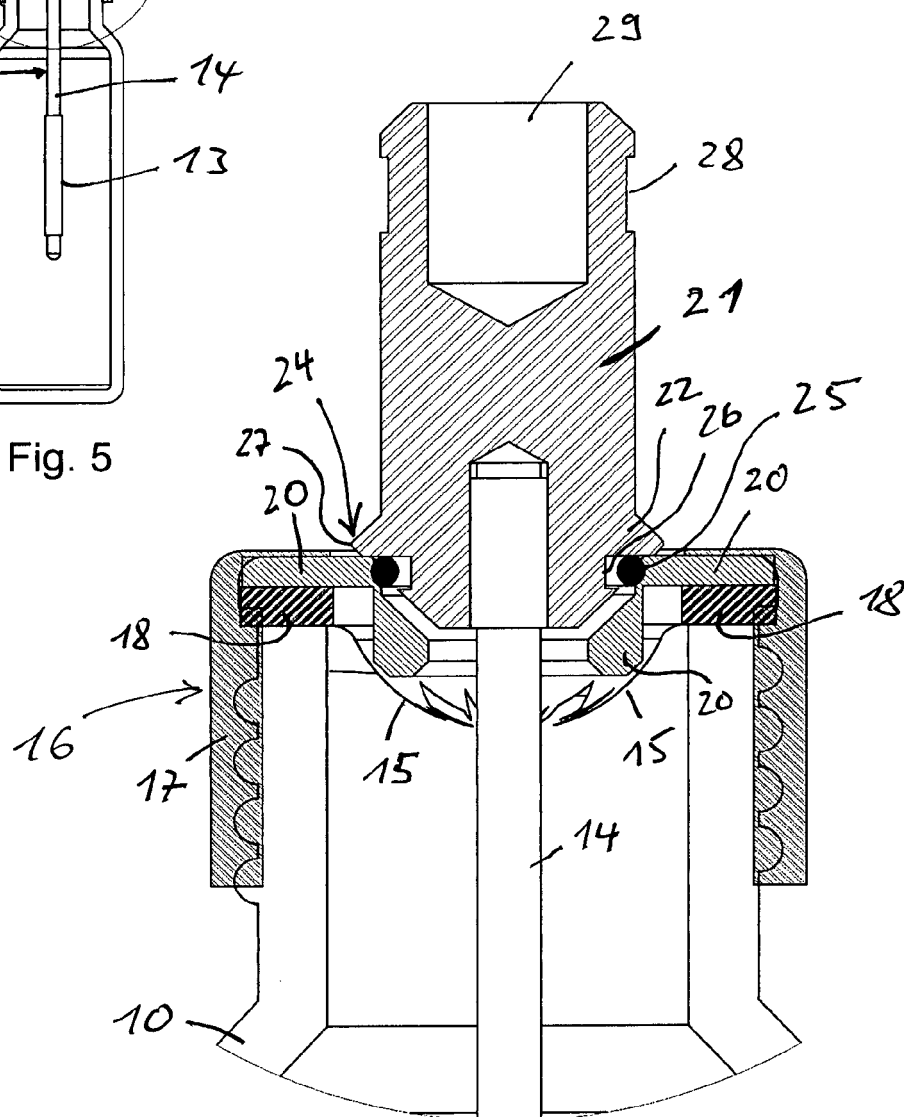


Fig. 6

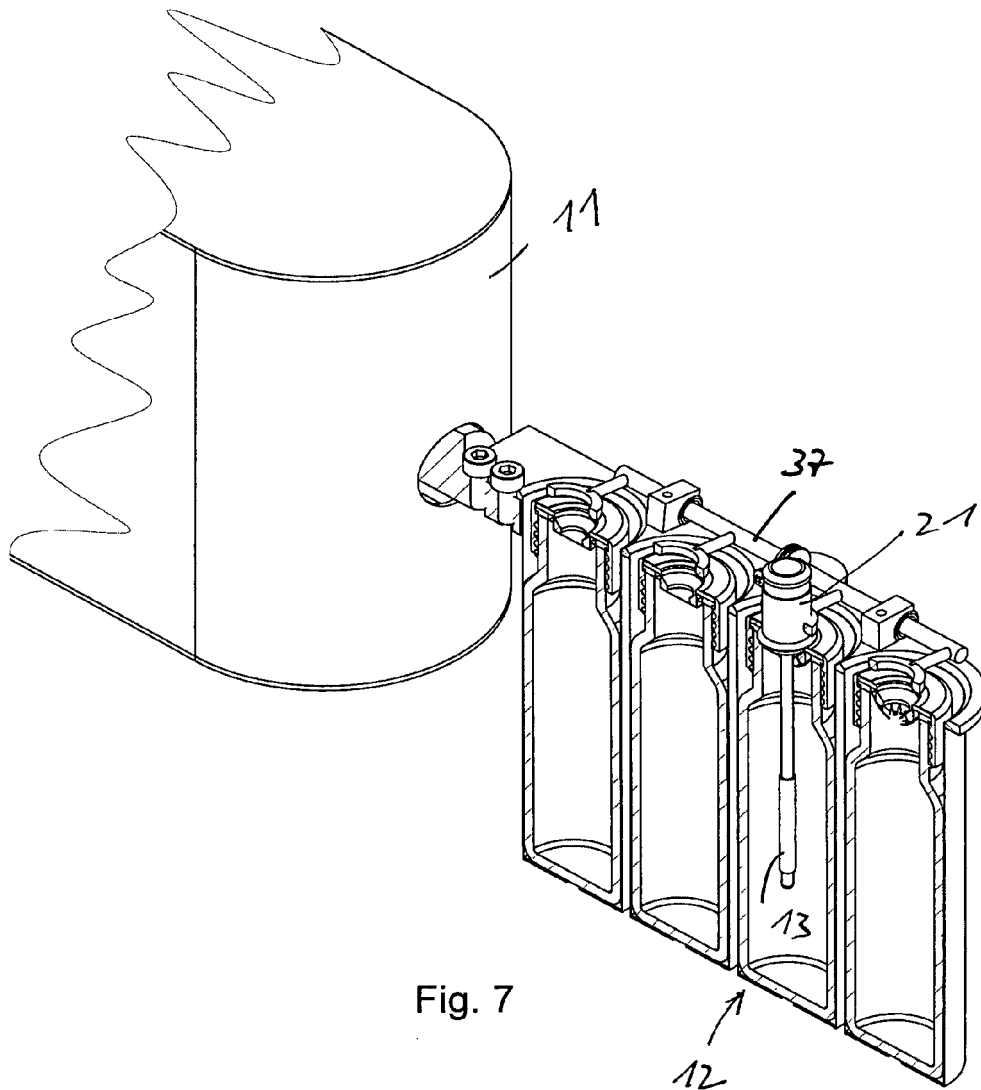


Fig. 7

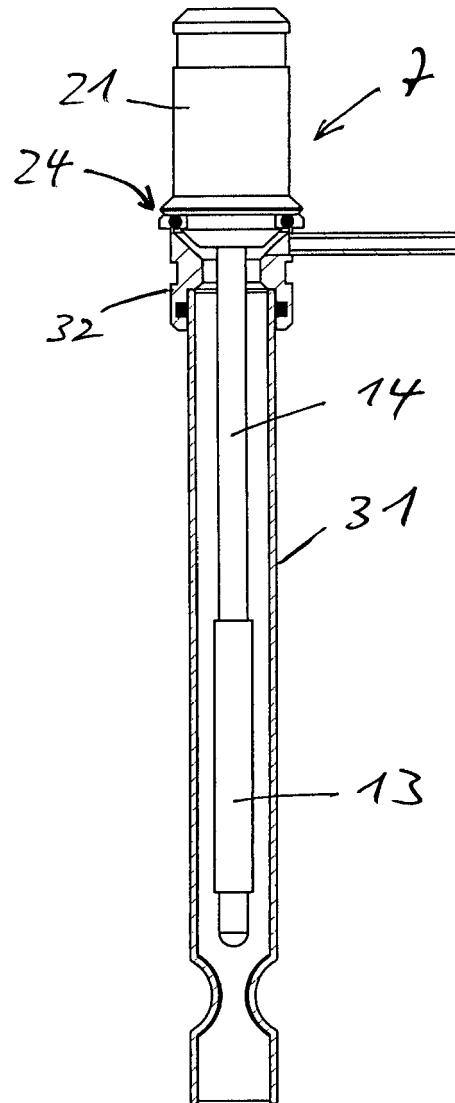


Fig. 8

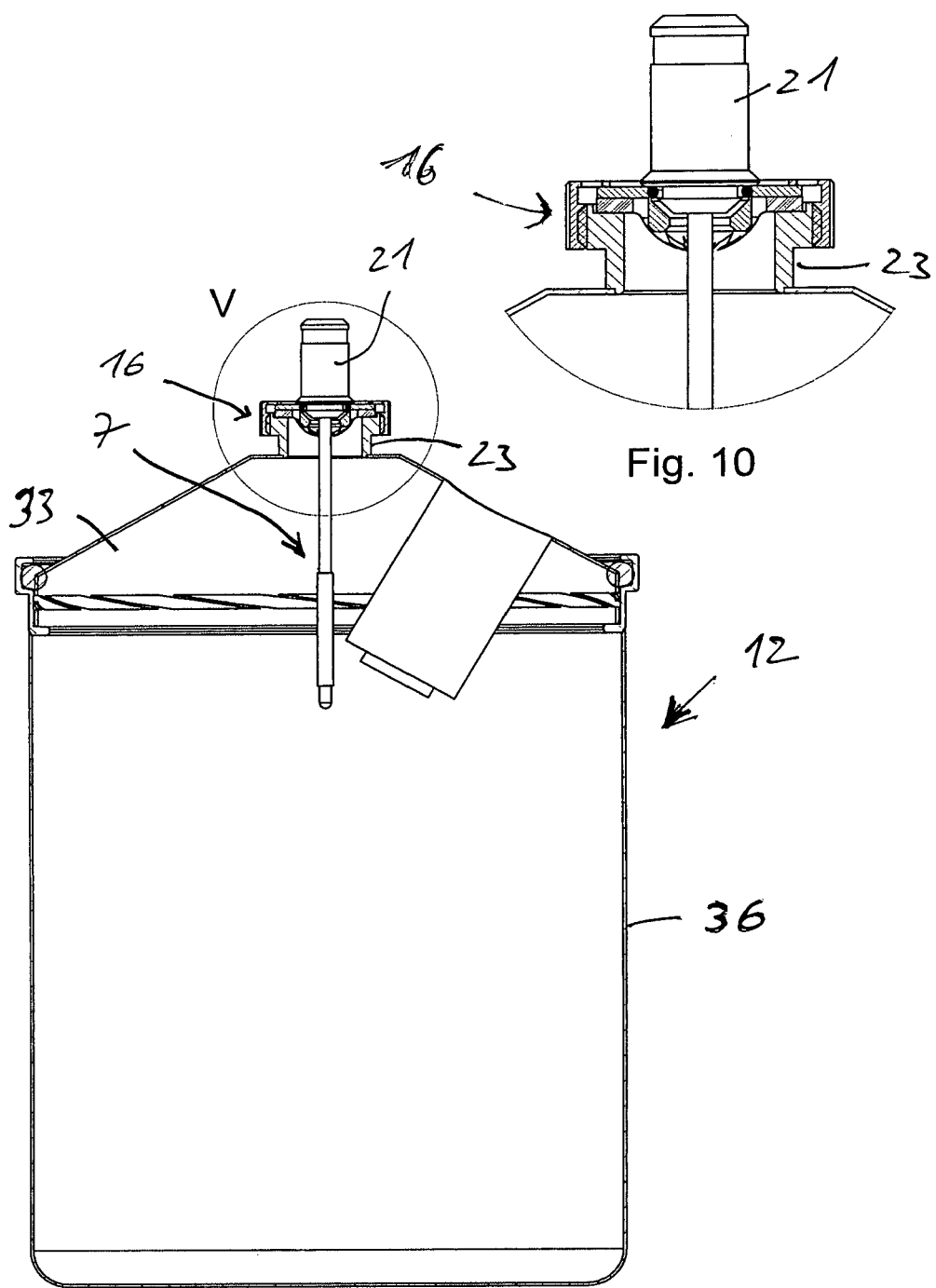


Fig. 9

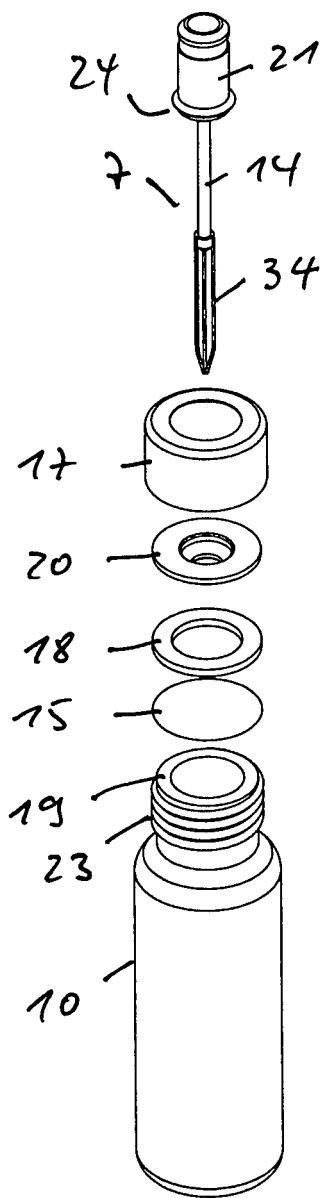


Fig. 11

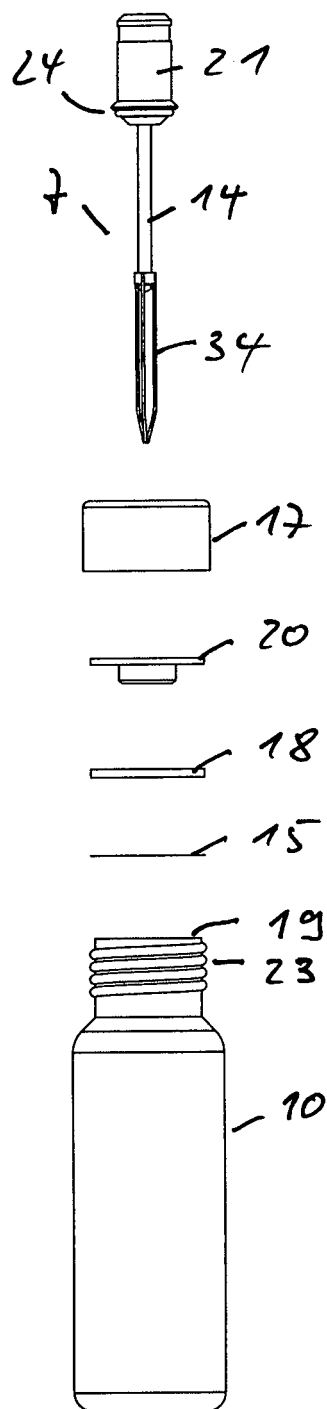


Fig. 12

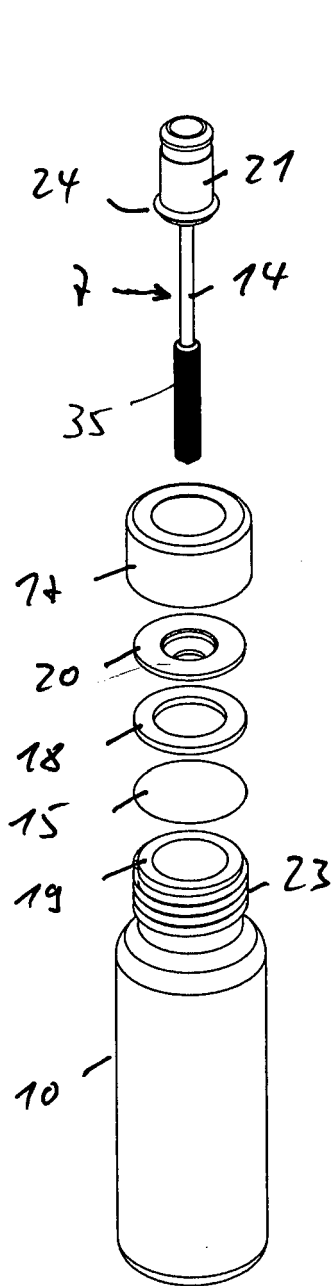


Fig. 13

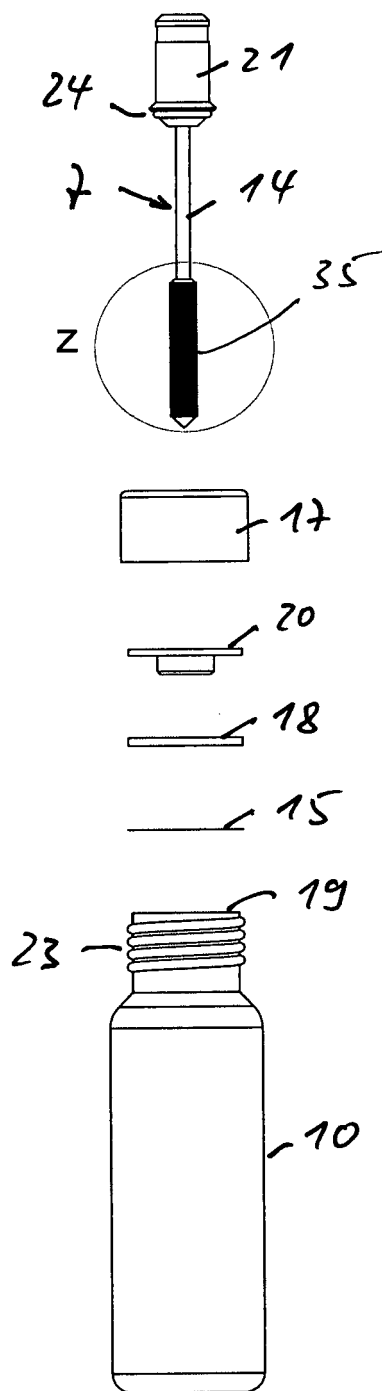


Fig. 14

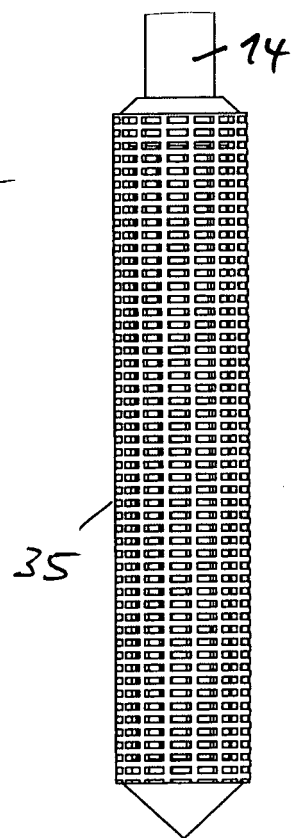


Fig. 15

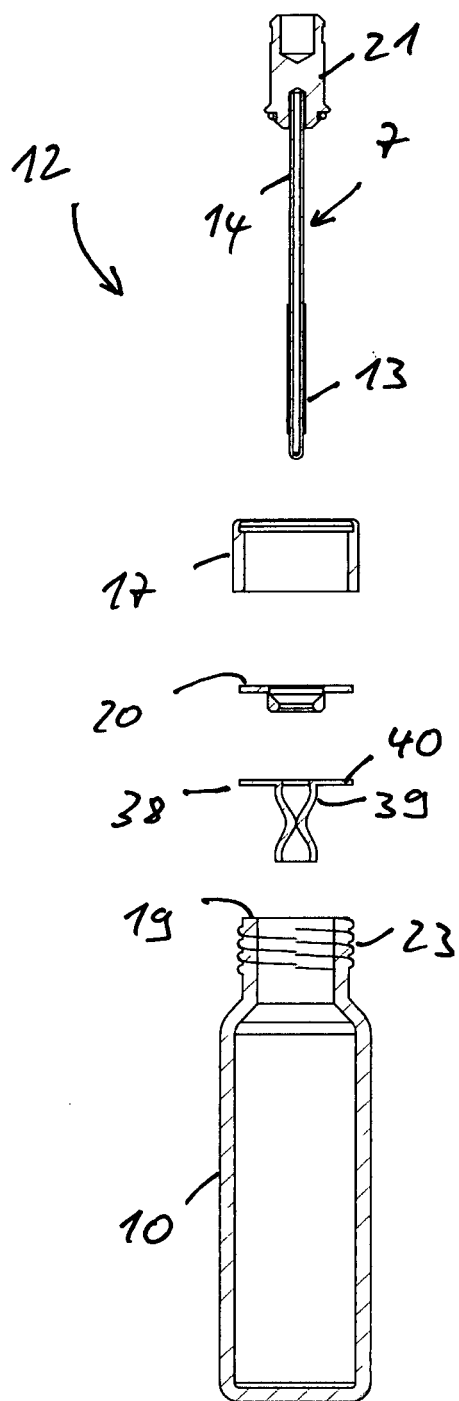


Fig. 16

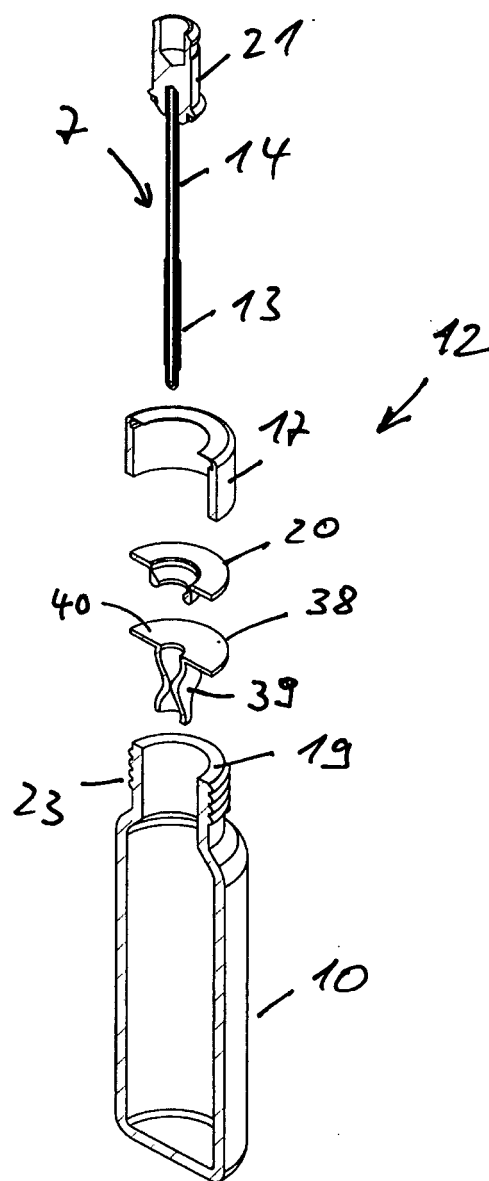


Fig. 17



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

 Nummer der Anmeldung
EP 15 00 0887

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
X	US 2004/037747 A1 (STERNBERGER WAYNE I [US] ET AL) 26. Februar 2004 (2004-02-26)	1,6	INV. G01N30/24 B01L3/00 G01N1/40 G01N30/06
Y	* Absätze [0011], [0046] - [0054]; Abbildungen 4,5,6 *	11	

X	US 2012/264227 A1 (COUCH ROBIN [US]) 18. Oktober 2012 (2012-10-18)	1,2,6,11	
Y	* Absatz [0028] - Absatz [0045]; Abbildungen 3,4,5 *	8,9	

Y	WO 2007/032039 A2 (DEGLI ESPOSTI FILIPPO [IT]; DUGHERI VITTORIO [IT]) 22. März 2007 (2007-03-22)	9,11	
A	* das ganze Dokument *	1-8,10	

Y	US 2009/199621 A1 (LAND III H BRUCE [US]) 13. August 2009 (2009-08-13)	8	
A	* Absatz [0035] - Absatz [0037]; Abbildungen 4,5,6A *	1-7,9-11	

			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC)
			G01N B01L
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort München		Abschlußdatum der Recherche 19. August 2015	Prüfer Müller, Thomas
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 15 00 0887

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am

Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

19-08-2015

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 2004037747 A1	26-02-2004	KEINE	
US 2012264227 A1	18-10-2012	KEINE	
WO 2007032039 A2	22-03-2007	EP 1924835 A2	28-05-2008
		JP 4948539 B2	06-06-2012
		JP 2009509136 A	05-03-2009
		US 2009260456 A1	22-10-2009
		WO 2007032039 A2	22-03-2007
US 2009199621 A1	13-08-2009	KEINE	

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- DE 10219790 C1 [0003]
- DE 69102700 T2 [0004]
- EP 1406077 B1 [0005]